

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-112817

(43)Date of publication of application : 17.05.1988

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

G11B 5/706

G11B 5/708

(21)Application number : 61-217537

(71)Applicant : SONY CORP

(22)Date of filing : 16.09.1986

(72)Inventor : AWANO HARUO

HONDA NAOKI

TANAKA RIICHI

(54) PRODUCTION OF PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve coercive force in a perpendicular direction and perpendicular magnetic anisotropy by incorporating a specific ratio of carbon into a perpendicularly magnetized Co-Cr film and setting a substrate temp. at $\geq 100^{\circ}\text{C}$.

CONSTITUTION: Sputtering is executed by using a Co-Cr alloy target and carbon pellets to prepare the perpendicularly magnetized Co-Cr film. The content of Cr to be incorporated into the Co-Cr alloy target to be used is preferably in a 15W30wt% range. The amt. of the carbon to be added is adjusted in a 0.01W0.5atom% range by adjusting the area ratio of the carbon pellets during sputtering. On the other hand, the temp. of the substrate is kept at $\geq 100^{\circ}\text{C}$ at the time of forming the perpendicularly magnetized Co-Cr film. The coercive force in the perpendicular direction and the perpendicular magnetic anisotropy of the perpendicularly magnetized film obtd. in the above-mentioned manner are improved.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-112817

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)5月17日

G 11 B 5/66
5/706
5/708

7350-5D

7350-5D

7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全10頁)

⑮ 発明の名称 垂直磁気記録媒体の製造方法

⑯ 特 願 昭61-217537

⑰ 出 願 昭61(1986)9月16日

⑱ 発 明 者	栗 野 晴 夫	東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 35 号	ソニー株式会社内
⑲ 発 明 者	本 多 直 樹	東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 35 号	ソニー株式会社内
⑲ 発 明 者	田 中 利 一	東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 35 号	ソニー株式会社内
⑳ 出 願 人	ソニー株式会社	東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 35 号	
㉑ 代 理 人	弁理士 小 池 晃	外 1 名	

明細書

1. 発明の名称

垂直磁気記録媒体の製造方法

2. 特許請求の範囲

基板温度を 100℃ 以上に保ちつつ該基板上にカーボンを 0.01 ~ 0.5 重量% 含有する Co-Cr 系垂直磁化膜を形成することを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、記録媒体面に対して垂直方向での残留磁化を利用して信号の記録・再生を行う、いわゆる垂直磁気記録方式において使用される垂直磁気記録媒体の製造方法に関するものであり、特に Co-Cr 系垂直磁気記録媒体の製造方法の改良に関するものである。

(発明の概要)

本発明は、Co-Cr 系垂直磁気記録媒体を製造するに際し、

Co-Cr 系垂直磁化膜中に所定量のカーボンを含有せしめるとともに、基板温度を 100℃ 以上に設定することにより、

得られる垂直磁気記録媒体の垂直方向での保磁力や垂直磁気異方性の改善を図ろうとするものである。

〔従来の技術〕

従来、例えばコンピュータの記憶媒体やオーディオテープレコーダ、ビデオテープレコーダ等の記録媒体として使用される磁気記録媒体に対して記録再生を行うには、基体上に被着形成される磁性層を基体面と平行な方向に磁化(面内方向磁化)し、その面内方向での残留磁化により記録再生を行うのが一般的である。

ところが、この面内方向磁化による記録の場合、記録信号が短波長になるにつれ、すなわち記録密度が高まるにつれ、媒体内の減磁界が増して残留

磁束密度が減衰し、再生出力が減少するという欠点を有する。

そこでさらに従来、磁気記録媒体の磁性層の厚さ方向の磁化により記録再生を行う垂直磁気記録方式が提案されており、この垂直磁気記録方式によれば記録波長が短波長になるにしたがい磁境界が小さくなり、特に高密度記録において上述した面内方向磁化による記録よりも有利であることから、盛んに研究が進められている。

ところで、この種の記録方式に用いられる垂直磁気記録媒体としては、高分子フィルム等の非磁性支持体上に Co-Cr 合金材料等により垂直磁化膜を記録層として形成したものが挙げられるが、ここで垂直磁化膜には理想的な垂直磁気記録を実現するために、大きな垂直磁気異方性を有することが必要である。

Co-Cr 系垂直磁化膜においても、さらに大きな垂直磁気異方性を有する Co-Cr 膜が得られれば、より一層理想的な垂直磁気記録が可能となるが、これまでのところかかる垂直磁気異方性を大きく

3

グカーブの分散角を小さくすることができ、磁化容易軸である C 軸の配向性を高めることができることが報告されている。

しかしながら、本発明者等がさらに研究を重ねた結果、カーボンの含有量が 0.5% 以上では、分散角は小さくなる方向にあるが、磁気特性はさほど向上しないことが判明した。

そこで本発明は、上述の従来の実情に鑑みて提案されたものであって、Co-Cr 系垂直磁化膜におけるカーボン添加量の最適値及び Co-Cr 系垂直磁化膜成膜の際の最適条件を見出すことを目的とし、垂直磁気異方性や垂直方向保磁力の大きな垂直磁気記録媒体の製造方法を提供することを目的とする。

(問題点を解決するための手段)

本発明者等は、カーボン添加 Co-Cr 系垂直磁化膜の成膜条件について研究を重ねた結果、カーボンの添加量は従来考えられていた範囲より少ない添加量で良好な特性を示すこと、また成膜時の基

する技術は確立されているとは言えない。特にリング状磁気ヘッドと Co-Cr 単層膜垂直磁気記録媒体との組み合わせで垂直磁気記録を行う場合には、垂直磁気異方性が大きな媒体は必要不可欠で、さらに異方性の大きい媒体を見出す研究開発が続けられている。

また、垂直磁化膜の垂直方向保磁力は、垂直磁気記録における再生出力を決定するものであるので、記録能力の高い磁気ヘッド（例えば飽和磁束密度の大きな磁気ヘッド）に対しては、前記保磁力は大きいほど望ましい。しかしながら、この垂直方向保磁力についても、さらに大きくする方法は見出されていない。

(発明が解決しようとする問題点)

かかる状況より、各方面で Co-Cr 系垂直磁化膜を記録層とする垂直磁気記録媒体の改良が検討されており、例えば特開昭59-129934号公報には、Co-Cr 系垂直磁化膜にカーボンを 0.5% 以上含有させることで、垂直磁化膜の X 線によるロックン

4

板温度が膜特性に大きく影響を及ぼすことを見出した。本発明は、このような知見に基づいて完成されたものであって、基板温度を 100℃ 以上に保ちつつ該基板にカーボンを 0.01～0.5 重量% 含有する Co-Cr 系垂直磁化膜を形成することを特徴とするものである。

本発明により Co-Cr 系垂直磁化膜を作製するには、Co-Cr 合金ターゲット及びカーボンペレットを用いてスパッタリングを行えばよい。勿論、成膜方法としてはスパッタリングに限られず、真空蒸着やイオンプレーティング等の真空薄膜形成技術によればよいが、良好な膜作製のためにはスパッタリングが好ましい。

使用する Co-Cr 合金ターゲットに含まれる Cr の含有量としては、15～30 原子% の範囲であることが好ましく、17～25 原子% であればより好ましい。

カーボンの添加量は、スパッタリングに際してのカーボンペレットの面積比で制御される。本発明者等の実験によれば、Co-Cr 垂直磁化膜中のカーボンの量は、カーボンペレットの面積比の増加

に伴って直線関係で増加することがわかった。

本発明においては、上記カーボンの添加量をカーボンペレットの面積比を増減させることにより0.01～0.5重量%の範囲とする。カーボンの添加量が0.01重量%未満では、所定の効果を得ることが難しく、逆にカーボンの添加量が0.5重量%を超えても却って垂直方向保磁力、垂直磁気異方性等が低下する。

一方、Co-Cr垂直磁化膜の成膜に際しては、基板の温度を100℃以上に保つ必要がある。基板温度が100℃未満では、たとえカーボンを添加しても垂直方向保磁力や垂直磁気異方性の向上は望めない。

なお、第3元素の添加は、カーボンの他に同じようにCrの融点を下げるCo, B, P, Pb, Pd, Pt, S, Sn等でも磁気特性向上に効果がある。

(作用)

本発明製造方法によって得られるCo-Cr系垂直磁化膜の磁気特性が向上する詳細な機構は不明で

7

明する。

実施例1

12μm厚の耐熱性ベースフィルムを基板とし、Co-Cr合金にカーボンを添加した垂直磁化膜をRFスパッタ法で作成した。作成条件は下記の通りである。

作成条件

ターゲット：Co-Cr合金ターゲット（Cr含有量19重量%）及びカーボンペレット

Ar圧：3 mTorr

RF出力：150 W

基板温度：140℃

基板ホルダ：水冷

ターゲット基板間距離：60mm

膜厚：約0.7μm

なお、スパッタリングを行うに当たっては、Co-Cr合金ターゲット上にカーボンペレットを等間隔にならべ、カーボンペレットの面積比によってカーボン含有量を制御した。カーボンペレットの

あるが、本発明者等は次のような理由によるものと考えている。

先ず、垂直磁気異方性が大きくなる理由は、カーボンは少量でCrの融点を下げるという作用を有し、そのため少量のカーボンの添加はCrの偏析を促進し、結晶粒内のCrの量を減らし、相対的にCoの量を増加させる効果があることによると考えられる。すなわち、Coの量が増加する結果、結晶粒内の垂直磁気異方性が向上し、膜全体としても垂直磁気異方性が大きくなる。カーボン添加によって飽和磁化 M_s が大きくなるのは、Crの偏析促進の結果と考えられる。

垂直方向保磁力が大きくなる理由は、垂直磁気異方性（保磁力の上限）が大きくなったこと、Cr偏析促進によって結晶粒界の磁気的相互作用が一層断たれ孤立粒子性が増進されたこと、等によると考えられる。

(実施例)

以下、本発明を具体的な実験結果に基づいて説

8

面積比は、0%、0.39%、0.95%、2.9%、7.1%と変化させた。また、基板温度は、基板に熱電対を取り付けておき、垂直磁化膜の膜厚が1500Åに達したときにRF電源を落とし、その時の温度を測定した。測定は2度行い、代表値とした。

得られた垂直磁化膜について、その磁気特性を振動磁束計（VSM）を用いて測定した。また、結晶性についてはX線回折法によるロックンガープ測定による分散角 $\Delta\theta_{50}$ によって評価した。カーボン含有量はEPMA法によって評価した。その結果、カーボン含有量は、カーボンペレットが面積比7.1%の時0.5重量%程度であり、本実施例で作成した垂直磁化膜のカーボン含有量はいずれも0.5重量%以下となっていることがわかった。

垂直方向保磁力 H_c 、飽和磁化 M_s 、垂直異方性 $H_{k,eff}$ 及び分散角 $\Delta\theta_{50}$ の測定結果を第1図及び第2図に示す。

これら第1図、第2図より、カーボン添加によって垂直方向保磁力 H_c 及び垂直異方性 $H_{k,eff}$ が

増加していることがわかった。特に最適添加量では、垂直方向保磁力 H_c を 30% 程度、垂直磁気異方性 H_{eff} を 10% 程度大きくすることができた。

また、第 1 図において、カーボン添加によって垂直磁化膜の飽和磁化 M_s が 100emu/cm² 以上上昇しているのは、カーボンによる Cr の偏析促進の表れと考えられる。

さらに第 2 図からわかるように、カーボンペレット面積比 7.1% 以上（カーボン添加量 0.5 重量% 以上）では、分散角 $\Delta\theta_{90}$ は減少する傾向にあるものの、磁気特性の向上は期待できず、カーボン添加量の最適値は 0.5 重量% 以下であるとの結論を得るに至った。

実施例 2

Co-Cr 合金ターゲット（Cr 含有量 19 重量%）を Co-Cr 合金ターゲット（Cr 含有量 22 重量%）に変え、他は実施例 1 と同様の方法により膜厚 5 μm の Co-Cr 垂直磁化膜を形成した。

1 1

である。

作成条件

ターゲット： Co-Cr 合金ターゲット（Cr 含有量 19 重量%）及びカーボンペレット

Ar 圧： 4 mTorr

RF 出力： 120 W

基板温度： 110 °C

基板ホルダ： 水冷

ターゲット基板間距離： 60 mm

膜厚： 約 0.6 μm

なお、カーボン含有量の制御や基板温度の測定方法は、先の実施例 1 と同様の方法によった。

その結果、カーボンペレットの面積比を 2.9% としたときに、垂直方向保磁力 H_c がおよそ 50 (Oe) 増加することがわかった。

比較例

1.2 μm 厚の耐熱性ベースフィルムを基板とし、Co-Cr 合金にカーボンを添加した垂直磁化膜を RF スパッタ法で作成した。作成条件は下記の通り

1 3

得られた垂直磁化膜の磁気特性を振動磁束計及びカー回転角測定装置により測定したところ、膜表面の垂直方向保磁力が膜全体のそれよりも 200 (Oe) 程度大きいことが判明した。なお、カー回転角測定装置による測定では、膜表面 200 Å 程度の磁性を測定したことになる。

したがって、本実施例の垂直磁化膜は、高密度記録により適した媒体であると考えられる。

また、本実施例で得られた垂直磁化膜についても、先の実施例 1 と同様に垂直方向保磁力 H_c 、飽和磁化 M_s 、垂直異方性 H_{eff} を測定したが、カーボン添加量の最適値は 0.5 重量% 以下にあり、最適添加量では垂直方向保磁力 H_c を 30% 程度、垂直磁気異方性 H_{eff} を 10% 程度大きくすることができた。

実施例 3

1.2 μm 厚の耐熱性ベースフィルムを基板とし、Co-Cr 合金にカーボンを添加した垂直磁化膜を RF スパッタ法で作成した。作成条件は下記の通り

1 2

である。

作成条件

ターゲット： Co-Cr 合金ターゲット（Cr 含有量 19 重量%）ならびに Cr 含有量 20 重量%）及びカーボンペレット

Ar 圧： 6.2 mTorr

RF 出力： 100 W

基板温度： 90 °C

基板ホルダ： 水冷

ターゲット基板間距離： 60 mm

膜厚： 0.5 ~ 0.6 μm

なお、カーボン含有量の制御や基板温度の測定方法は、先の実施例 1 と同様の方法によった。

特に、Cr 含有量が 20 重量% の Co-Cr 合金ターゲットを用いて得られた垂直磁化膜について、その垂直方向保磁力 H_c 、飽和磁化 M_s 、垂直異方性 H_{eff} 及び分散角 $\Delta\theta_{90}$ を測定した。結果を第 3 図ならびに第 4 図に示す。

これら第 3 図、第 4 図からも明らかのように、基板温度を 90 °C とした場合には、カーボンを添加

1 4

しても垂直方向保磁力 H_c や垂直異方性 $H_{k,rr}$ の増加は見られず、むしろこれらが減少してしまうことが判明した。

そこで、以上の実施例、比較例の実験結果を基に、カーボンペレットの面積比を2.9%としたときの垂直方向保磁力 H_c の増加量と基板温度の関係を求めた。結果を第5図に示す。

この第5図より明らかなように、カーボンの添加によって垂直方向保磁力 H_c を増加させるためには、基板温度は100℃以上であることが必要である。

(発明の効果)

以上の説明からも明らかなように、本発明においては、Co-Cr系垂直磁化膜を成膜するにあたってカーボンを所定量添加するとともに基板温度を100℃以上に設定しているのので、得られる垂直磁化膜の垂直方向保磁力や垂直磁気異方性が向上し、垂直磁気特性に優れた垂直磁気記録媒体を作

製することが可能である。

4. 図面の簡単な説明

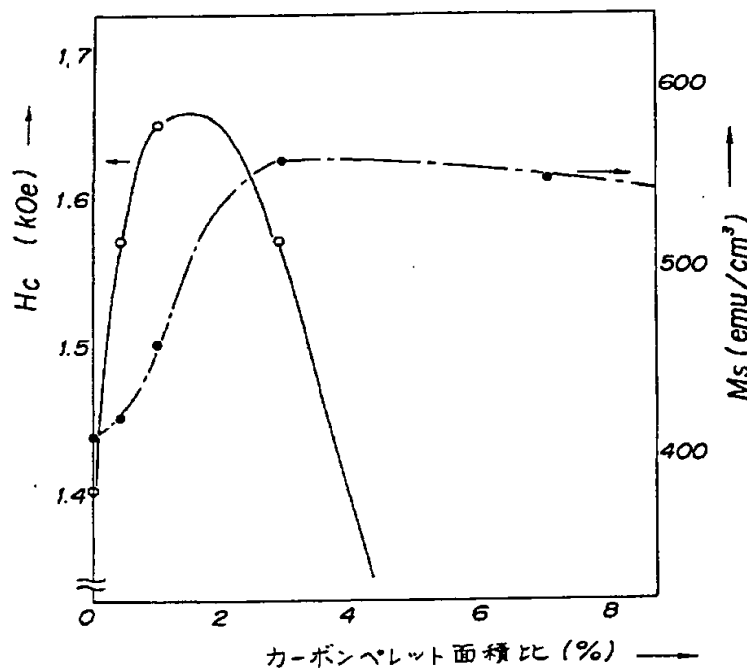
第1図は基板温度を140℃に設定した場合のカーボン添加量と垂直方向保磁力 H_c 及び飽和磁化 M_s の関係を示す特性図であり、第2図は基板温度を140℃に設定した場合のカーボン添加量と垂直磁気異方性 $H_{k,rr}$ 及びロッキングカーブの分散角 $\Delta\theta_{90}$ の関係を示す特性図である。

第3図は基板温度を90℃に設定した場合のカーボン添加量と垂直方向保磁力 H_c 及び飽和磁化 M_s の関係を示す特性図であり、第4図は基板温度を90℃に設定した場合のカーボン添加量と垂直磁気異方性 $H_{k,rr}$ 及びロッキングカーブの分散角 $\Delta\theta_{90}$ の関係を示す特性図である。

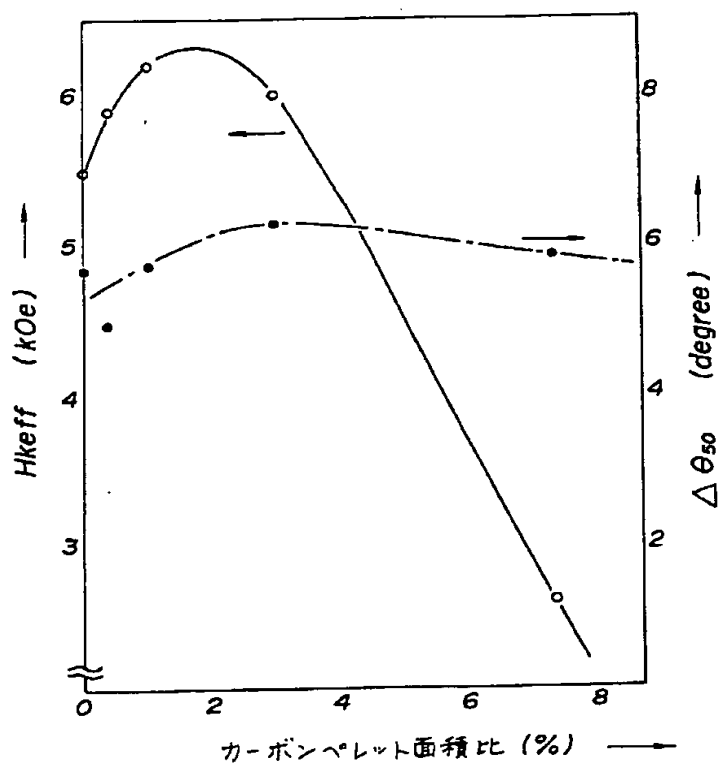
第5図はカーボン添加量一定とし基板温度を変化させた場合の垂直方向保磁力の増加の様子を示す特性図である。

15

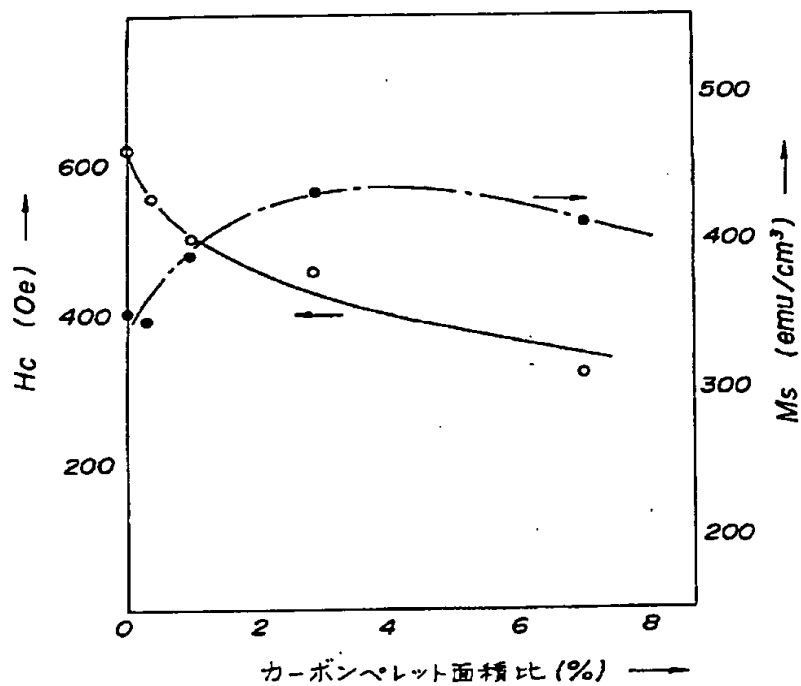
16



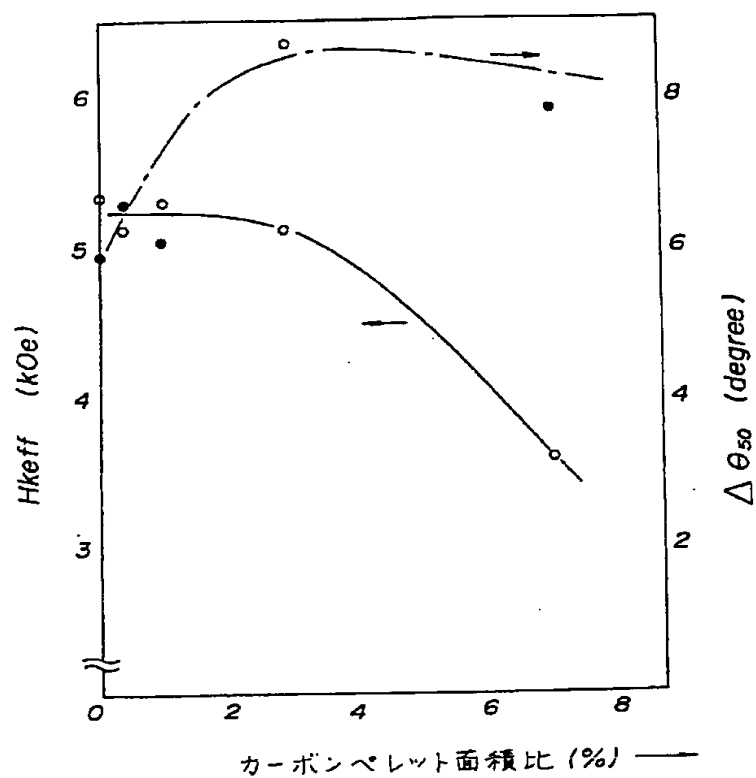
第1図



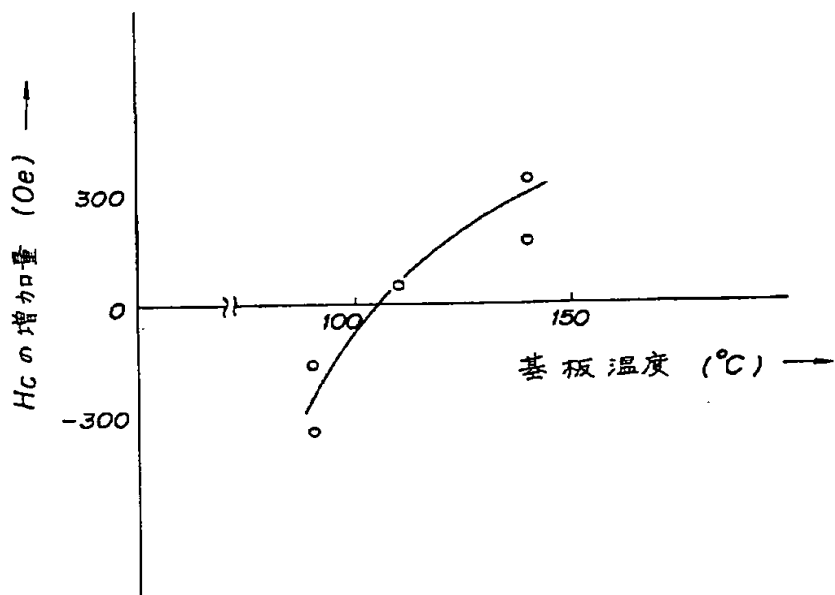
第 2 図



第 3 図



第4図



第5図

手続補正書 (自発)

昭和61年10月23日

特許庁長官 黒田 明雄 殿

1. 事件の表示

昭和61年 特許願 第217537号

2. 発明の名称

垂直磁気記録媒体

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都品川区北品川6丁目7番35号

名称 (218) ソニー株式会社

代表者 大賀 典雄

4. 代理人

住所 〒105 東京都港区虎ノ門二丁目6番4号

第11森ビル11F TEL 03(508)8266 内 (四村)

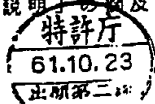
氏名 (6773) 井理士 小池 晃 (他1名)

5. 補正命令の日付

自発

6. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」の欄、「発明の詳細な説明」の欄及び「図面の簡単な説明」の欄



②明細書第10頁第20行目

③明細書第12頁第11行目

④明細書第14頁第16行目

⑤明細書第15頁第1行目

(7-4)

明細書の次の箇所に「垂直磁気異方性」とある記載を「垂直異方性磁場」と訂正する。

①明細書第11頁第2行目～第3行目

②明細書第12頁第14行目

③明細書第16頁第8行目

④明細書第16頁第13行目～第14行目

(7-5)

明細書第6頁第15行目から同頁第16頁に亘り「15～30原子%の範囲・・・より好ましい。」とある記載を「15～30重量%の範囲であることが好ましく、17～25重量%であればより好ましい。」と補正する。

(7-6)

明細書第8頁第3行目から同頁第8行目に亘り「先ず、・・・考えられる。」とある記載を下記

7. 補正の内容

(7-1)

明細書の特許請求の範囲の欄の記載を別紙の通り補正する。

(7-2)

明細書の次の箇所に「重量%」とある記載を「原子%」と訂正する。

①明細書第6頁第4行目

②明細書第7頁第4行目

③明細書第7頁第5行目

④明細書第7頁第6行目

⑤明細書第10頁第12行目

⑥明細書第10頁第14行目

⑦明細書第11頁第10行目

⑧明細書第11頁第13行目

⑨明細書第12頁第12行目

(7-3)

明細書の次の箇所に「垂直異方性」とある記載を「垂直異方性磁場」と訂正する。

①明細書第10頁第17行目

2

の通り補正する。

「先ず、垂直磁気異方性が大きくなる理由は、少量のカーボンの添加がCrの偏析を促進し、部分的にCoの量を相対的に増加させる効果があることによると考えられる。」

(7-7)

明細書第8頁第14行目に「(保磁力の上限)」とある記載を「(保磁力の上限を決める)」と補正する。

(7-8)

明細書第10頁第4行目に「RF電源を落とし」とある記載を「RF電源を切り」と補正する。

(7-9)

明細書第10頁第5行目に「代表値とした。」とある記載を「平均値を求めた。」と補正する。

(7-10)

明細書第10頁第10行目に「EPMA法」とある記載を「SIMS法」と訂正する。

(7-11)

明細書第11頁第19行目に「膜厚5μm」と

ある記載を「膜厚 0.5 μ m」と補正する。

(以上)

別 紙

特許請求の範囲

「基板温度を 100℃以上に保ちつつ該基板上にカーボンを0.01~0.5 原子%含有する Co-Cr系垂直磁化膜を形成することを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。」

5

手続補正書 (方式)

昭和62年〇月〇日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

昭和61年 特許願 第217537号

2. 発明の名称

垂直磁気記録媒体の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都品川区北品川6丁目7番35号

名称 (218) ソニー株式会社

代表者 大賀典雄

4. 代理人

住所 〒105 東京都港区虎ノ門二丁目6番4号

第11森ビル11階 Tel (508) 8266 40

氏名 (6773) 弁理士 小池 晃

5. 補正命令の日付

昭和62年2月26日 (発送日: 昭和62年3月7日)

6. 補正の対象

昭和61年10月23日付提出の特許補正書差出書の

「発明の名称」の欄

方式
審査

並木

7. 補正の内容

昭和61年10月23日付提出の手続補正書差出書の

「発明の名称」の欄の記載を別紙の通りに補正する。

~~手続補正書~~ (自発)

昭和61年10月23日

特許庁長官 黒田 明雄 殿

1. 事件の表示

昭和61年 特許願 第217537号

2. 発明の名称

垂直磁気記録媒体の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都品川区北品川6丁目7番35号

名称 (218) ソニー株式会社

代表者 大賀 典雄

4. 代理人

住所 〒105 東京都港区虎ノ門二丁目6番4号

第11森ビル11階 Tel (508) 8266 00

氏名 (6773) 弁理士 小池 晃 (他1名)

5. 補正命令の日付 自 発



6. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」の欄、「発明の詳細な説明」の欄及び「図面の簡単な説明」の欄